

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-330330

(43)Date of publication of application : 30.11.2000

(51)Int.Cl. G03G 9/087

(21)Application number : 11-137356

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 18.05.1999

(72)Inventor : TANAKA HIROYUKI
HARA TAKASHI

(54) TONER AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a toner superior in chargeability and dependence on environment and transferability and fluidity and capable of forming a good image.

SOLUTION: This toner contains at least a resin and a colorant and Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, and NH₄⁺ in a total amount of 0.5-7.5 μ mol/g obtained by a toner redispersion test, and preferably, a solvent in an amount of 1-500 ppm, and it has a sphericity degree (SFI) of 100-150.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 17.09.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 28.06.2005

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P) (2) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2000-330330
(P2000-330330A)
(43)公開日 平成12年11月30日(2000.11.30)

(51)Int.Cl. G 0 3 G 9/087	識別記号 F I G 0 3 G 9/08	チーゴ・ド・(参考) 3 8 4 2 H 0 0 5
審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 10 頁)		

(21)出願番号 (22)出願日	特願平11-137356 平成11年5月18日(1999.5.18)	(71)出願人 富士ゼロックス株式会社 東京都区赤坂二丁目17番22号 田中 浩之 神奈川県足柄下郡市村松1600番地 富士ゼロックス株式会社内 原 敬 神奈川県足柄下郡市村松1600番地 富士ゼロックス株式会社内 100079049 代理人 中島 洋 (外3名) Fターム(参考) 2H005 AA15 AB03 AB06 DA05 EA07
---------------------	---------------------------------------	---

(54)【発明の名称】 トナー、およびその作製方法

(57)【要約】
【課題】 帯電性、環境依存性、転写性、流動性に優れ、かつ良好な画像を形成し得るトナーを提供することである。

【解決手段】 少なくとも樹脂と着色剤とを含有し、トナー再分散試験により求めたNa⁺、K⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、およびNH₄⁺の総量が0.5〜7.5μmol/皿/gであること特徴とするトナーである。好ましくは、トナー中における、溶媒の含有量が1〜500ppmであり、かつトナーの球形化度(SFI)が100〜150であることを特徴とする前記トナーである。

BEST AVAILABLE COPY

(2)

1

【請求項1】 少なくとも樹脂と着色剤とを含有し、トナー再分散試験により求めたNa⁺、K⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、およびNH₄⁺の総量が0.5〜7.5μmol/皿/gであることを特徴とするトナー。

【請求項2】 樹脂および着色剤を溶媒に分散または溶解させた分散液を、水系媒体へ分散させた後、溶媒を除去することによって、あるいは、樹脂のモノマーを分散液中で重合することによって、樹脂を含有する粒子を生成する工程を含むトナーの作製方法において、

前記分散液中に、少なくとも、酸に可溶な無機分散剤を添加するとともに、生成した粒子を、該粒子の固形比重比が1〜30重量%になる量の酸で洗浄し、請求項1に記載のトナーを生成することを特徴とするトナーの作製方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】
【発明の属する技術分野】 本発明は、電子写真法に用いられるトナー、およびその作製方法に関する。

【0002】
【従来の技術】 電子写真法としては米国特許第2,297,691号明細書、特公開42-23910号公報(米国特許第3,666,363号明細書)等に記載されているように、多数の方法が知られているが、一般には光導電性物質を利用した感光体周に種々の手段を用いて電気的な潜像を形成する露光工程、トナーを用いて現像する工程、トナーを紙等の記録材に転写する工程、該トナー画像を加熱、圧力、熱圧あるいは溶剤蒸気などにより記録材に定着する工程、感光体周に残存したトナーを除去する工程といった基本工程から成り立っている。近年、省電力や省資源のために、定着温度を低減すること、および感光体上から紙へトナー画像を転写した後、感光体上に残存する未転写トナーの量を減らすことが検討されている。これらを実現する方法として、トナーの材料を低溶融性する方法や、トナーの形状を球形化する方法等がある。

【0003】ところで、電子写真用トナーの製造方法としては、混練粉砕法が従来知られており、一般的である。混練粉砕法は、トナーの配合成分を、混練し、その後、粉砕して、所望の粒度のトナーを得る方法である。混練粉砕法は、混練を高温度で行うこと、および所望の粒度にするために粉砕を行うため、トナー材料の低溶融性、およびトナーの形状制御が困難である。これらを解決するトナーの作製方法として、特開昭50-120632号公報、特開昭63-25664号公報、特開平5-127422号公報、特開平8-179556号公報等には、トナー成分を溶解した油性成分液を、水系媒体中で分散化し、溶媒除去後粉砕化する、いわゆる液中乾燥方法が提案されている。また、特公開36-10231号公報等には、スチレンおよびその誘導体、α-メチ

2

レン脂肪族モノカルボン酸エステル類を代表例とする、ラジカル重合可能な重合性単体含有する油性成分を、水系媒体中で微粒子化し、重合後粉砕化する、懸濁重合法などの種式製法が提案されている。前記液中乾燥法および種式製法は、トナー材料を低溶融化できる点、およびトナーの形状制御が可能であり、トナーを容易に球形化できる点で有利である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、前記液中乾燥法等の種式製法では、樹脂および着色剤を溶媒に分散または溶解させた分散液を用いてトナー粒子を生成する、あるいは、着色剤を分散させた樹脂モノマーの分散液を用いて、重合反応を行い、トナー粒子を生成するので、樹脂や着色剤等の分散性を向上させるために、分散助剤として、界面活性剤や無機微粒子を添加することが多い。その結果、前記液中乾燥法等によって製造されるトナー粒子の表面には、分散助剤由来のイオン成分が残存する場合がある。トナー粒子に残存するイオン成分は、トナーの帯電性(特に環境依存性)、転写性、および流動性を悪化させる原因となる。このような問題を解決するため、例えば、特開平7-319205号公報では、前記種式製法において製造されたトナーを再分散させた水の電導度を1〜100μS/cmにし、高温高圧下でのトナーの帯電性を改善している。また、特開平9-218532号公報では、前記種式製法において製造されたトナーに残存するアルカリ金属、またはアルカリ土類金属の量を5重量%以下にすることで、高温高圧下でのトナーの帯電性を改善している。しかし、前記公報に記載の方法では、充分な諸特性を有するトナーは得られない。

【0005】本発明は、前記諸問題を解決することを目的とする。即ち、帯電性、環境依存性、転写性、流動性に優れ、かつ良好な画像を形成し得るトナー、およびその製造方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 前記課題を解決するための手段は、以下の通りである。

(1) 少なくとも樹脂と着色剤とを含有し、トナー再分散試験により求めたNa⁺、K⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、およびNH₄⁺の総量が0.5〜7.5μmol/皿/gであることを特徴とするトナー。

(2) トナー中における、残留溶媒量が1〜500ppmであり、かつトナーの球形化度(SFI)が100〜150であることを特徴とする(1)に記載のトナー。
【0007】(3) 樹脂および着色剤を溶媒に分散または溶解させた分散液を、水系媒体へ分散させた後、溶媒を除去することによって、あるいは、樹脂のモノマーを分散液中で重合することによって、樹脂を含有する粒子を生成する工程を含むトナーの作製方法において、前記分散液中に、少なくとも、酸に可溶な無機分散剤を添

50

BEST AVAILABLE COPY

(3)

加するとともに、生成した粒子を、該粒子の固形分重量比が1〜30重量%になる量の酸で洗浄し、(1)に記載のトナーを作製することを特徴とするトナーの作製方法。

(4) 生成した粒子を、該粒子の固形分重量に対して、3倍以上の重量の水で洗浄することを特徴とする(3)に記載のトナーの作製方法。

【0008】

【発明の実施の形態】本発明のトナーは、トナー再分散試験により求めた Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、および NH_4^+ の総量が $0.5 \sim 7.5 \text{ m}\mu\text{l/g}$ であることとを特徴とする。本明細書において、「トナー再分散試験」とは、以下の試験をいう。まず、トナー3gを、メタノール3gと水20gとの混合溶液中に分散させた後、さらに、水80gを加えて至温(25℃)下に18時間放置する。その後、0.45μm孔のフィルターに通して、試料を調製する。次に、該試料をイオン分析計(例えば、東亜電流工業社製「JA100J」)で分析し、 Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、および NH_4^+ を定量し、分散液中の各々のイオンm.o.l濃度を求める。次に、各々のイオンの値を、求めた各々のイオンm.o.l濃度に乗じた値を算出し、その総量を、トナー1gあたりに換算する。

【0009】本発明のトナーは、前記トナー再分散試験により求めたトナー1g当りの前記陽イオンの総量が、 $0.5 \sim 7.5 \text{ m}\mu\text{l/g}$ であることが必要であり、好ましくは、 $1.0 \sim 6.0 \text{ m}\mu\text{l/g}$ 、さらに好ましくは、 $1.0 \sim 4.5 \text{ m}\mu\text{l/g}$ である。トナー表面に、前記陽イオンが多量に存在すると、その価は、大きくなり、高温高湿下での帯電性の低下、トナー流動性の低下が起り、良好な画像が得られなくなる。特に、前記陽イオンの総量が、 $7.5 \text{ m}\mu\text{l/g}$ を超えるとトナー帯電性は、大幅に悪化する。また、 $0.5 \text{ m}\mu\text{l/g}$ 未満では、低温低湿下での帯電性が高く、帯電性の環境依存性が大きくなり、好ましくない。

【0010】一般的に、帯電性等のトナー特性は、トナー表面の状態で大きく影響される。本発明では、トナーを水性媒体に再分散させ、水性媒体中のトナーから溶出した陽イオンの総量を規定している。従って、主に、トナー表面近傍の、トナー特性に大きく影響を与える陽イオンの量を規定することができ、例えば、トナーの全体に含有される陽イオンの総量を規定するよりも、よりトナーの諸特性の向上に寄与でき、諸特性に優れたトナーを提供することができる。尚、トナーの分散溶液として、メタノールと水との混合溶液を用いているのは、乾いたトナーは水には分散されないため、少量のメタノールを加えることで、トナーを濡れ易くしている。

【0011】本発明のトナーは、少なくとも樹脂と着色剤とを含有する。本発明のトナーに含有される樹脂は、

特に制限されるものではなくトナー用のいわゆる結着樹脂として一般に用いられる樹脂が使用できる。具体的に、ポリエステル樹脂、スチレン樹脂、アクリル樹脂、スチレン・アクリル樹脂、シリコーン樹脂、エポキシ樹脂、ジェン系樹脂、フェノール樹脂、ポリエチレン・酢酸ビニル樹脂等が挙げられる。中でも、ポリエステル樹脂を用いると、カラーの発色性がよく、定着時にシャープに溶融し、画像表面が平滑になるため、画質が良好になり易いので好ましい。

【0012】前記ポリエステル樹脂は、アルコール成分と酸成分を重合単体とする樹脂である。アルコール成分の重合単体としては、ポリオキシプロピレン(2, 2)−2, 2−ビス(4−ヒドロキシプロピニル)プロパン、ポリオキシプロピレン(3, 3)−2, 2−ビス(4−ヒドロキシプロピニル)プロパン、ポリオキシエチレン(2, 0)−2, 2−ビス(4−ヒドロキシプロピニル)プロパン、ポリオキシブタジレン(2, 0)−2, 2−ビス(4−ヒドロキシブタジニル)グリコール、ジブタジレングリコール、イソペンチルグリコール、ジブタジレングリコール、イソペンチルグリコール、水添ビスフェノールA、1, 3−ブタジオール、1, 4−ブタジニルグリコール、ネオペンチルグリコール、キシレングリコール、1, 4−シクロヘキサジニルグリコール、グリセリン、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、ペンタエリトリール、ビス−(β−ヒドロキシエチル)テレフタレート、トリス−(β−ヒドロキシエチル)イソシアヌレート、2, 2, 4−トリメチロールペンタタン−1, 3−ジオール等が挙げられる。前記アルコール成分とともに、ヒドロキシルポルホン酸成分を加えることができる。ヒドロキシルポルホン酸としては、例えばp−オキシ安息香酸、バニリン酸、ジメチロールプロピオン酸、リンゴ酸、酒石酸、5−ヒドロキシイソフタル酸等が挙げられる。

【0013】酸成分の具体例としては、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、ダイマー酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、イソフタル酸ジメチルエステル、テレフタル酸ジメチルエステル、テレフタル酸モノメチルエステル、テトラヒドロテレフタル酸、メチルテトラヒドロフタル酸、ヘキサヒドロフタル酸、ジメチルテトラヒドロフタル酸、イソフタル酸、ジフェニル酸、シクロペンジッタル酸、ピロメリッタル酸、トリフェニル酸、ナフタレンテトラカルボン酸、ジフェニル酸、トリメリッタル酸、ピロメリッタル酸、ジフェニル酸、シクロペンジッタル酸、ピロメリッタル酸、4, 4′−ベンゾントエノンテトラカルボン酸、1, 2, 3, 4−アズパントラカルボン酸、2, 2−ビス−(4−カルボキシブタ

(4)

ル)プロパン、トリメリッタル酸無水物と4, 4′−ジアミノフェニルメタンから得られるジイミドカルボン酸、トリリス−(β−カルボキシエチル)イソシアヌレート、イソシアヌレート誘含有ポリイミドカルボン酸、トリレンジンシアネート、キシレンジレンジンシアネート又はイソホロジンジレンジンシアネートの三量体反応物とトリイミド酸無水物から得られるイソシアネート環含有ポリイミドカルボン酸などであり、これらの一種または二種以上が使用される。

【0014】前記三価以上の多価カルボン酸、多価アルコール等の架橋成分を用いると、トナーの定着強度、および耐オフセット性等の安定性の点で好ましい場合がある。また、本発明のトナーに含有される樹脂として、前記ポリエステル樹脂を二種類以上組み合わせてもよいし、更に他の樹脂を組み合わせてもよい。他の樹脂としては、スチレン樹脂、アクリル樹脂、スチレン・アクリル樹脂、シリコーン樹脂、エポキシ樹脂、ジェン系樹脂、フエノール樹脂、テルペン樹脂、クマリン樹脂、アミド樹脂、アミイミド樹脂、ブチラール樹脂、ウレタン樹脂、エチレン・酢酸ビニル樹脂等が挙げられる。尚、本発明のトナー中には、ポリエステル樹脂を主成分とし、その他の樹脂はトナー中に0〜30重量%含有されるのが好ましい。

【0015】前記ポリエステル樹脂は、前記開示されたアルコール成分と酸成分、および好適により架橋成分を、通常の縮重合によって製造することができる。本発明のトナーに含有される樹脂としてポリエステル樹脂を用いる場合は、ポリエステル樹脂のガラス転移温度は、 $40 \sim 100^\circ\text{C}$ であるのが好ましく、 $50 \sim 80^\circ\text{C}$ であるのがより好ましい。

【0016】本発明のトナーに含有される着色剤としては、公知の有機、もしくは、無機の顔料や染料、油溶性染料を使用することができる。例えばC、1、ピグメントレッド48；1、C、1、ピグメントレッド57；1、C、1、ピグメントレッド122、C、1、ピグメントイエロー17、C、1、ピグメントイエロー97、C、1、ピグメントイエロー12、C、1、ピグメントブルー15；1、C、1、ピグメントブルー15；3、ランプブラック(C、1、No. 77266)、ローズベンガル(C、1、No. 45432)、カーボンブラック、ニグロシン染料(C、1、No. 50415)

B)、金属錯塩染料、金属錯塩染料の誘導体これらの化合物等を用いることができる。また、シリカ、酸化アルミニウム、マグネサイトや各種フレイト類、酸化第二銅、酸化ニッケル、酸化亜鉛、酸化ジルコニウム、酸化チタン、および酸化マグネシウムなどの種々の金属酸化物を単独で、もしくは2以上を組み合わせて用いることができる。尚、着色剤は、トナー中に、トナーが充分な濃度の可視像を形成するのに充分な割合で含有させればよく、トナーの性状や現象に依存して、その好ましい

含有量も異なるが、一般的には、トナー100重量部に對して1〜30重量部含有させるのが適当である。

【0017】本発明のトナーには、ワックス等の離型剤を含有させてもよい。離型剤としては、ロウ類及びワックス類を使用することができ、具体的には、カルナワックス、蜂ロウ、木ロウ、ライシワックス等の植物系ワックス、ミツロウ、ラノリン等の動物系ワックス、オゾクライト、セルニン等の鉱物系ワックス、およびパラフィン、マイクロクリスタリン、ペトロラタム等の石油ワックス等が挙げられる。またこれら天然ワックスの外に、フィッシャー・トロブシュワックス、ポリエチレンワックス等の合成炭化水素ワックス、12−ヒドロキステアリン酸アミド、ステアリン酸アミド、鯨油ワックス酸イミド、塩素化炭化水素等の脂肪族酸アミド、エステル、ケトン、エーテル等の合成ワックスも使用できる。さらに低分子量の結晶性高分子樹脂を使用してもよく、例えば、ポリn−ステアリン酸メタクリレート、ポリn−ラウリルメタクリレート等のポリアクリレートのホモ重合体あるいは共重合体(例えば、n−ステアリン酸メタクリレート−エチルメタクリレートの共重合体)等、側鎖に長いアルキル基を有する結晶性高分子等を使用することもできる。中でも、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス等の石油ワックスあるいは合成ワックスを離型剤として用いるのが好ましい。これらの離型剤は、そのまゝ用いても良いが、後述する溶剤法でトナーを製造する場合は、あらかじめ分散媒体中で微分散させたものを用いることもできる。

【0018】本発明のトナーには、所望により、帯電制御剤を含有させてもよい。帯電制御剤としては、安息香酸の金属塩、サリチル酸の金属塩、含金属アズン染料、テトラフェニルボレート誘導体、第四級アモニウム塩、アルキルピリジニウム塩からなる群より選ばれる化合物等が挙げられ、これらの化合物は1種、あるいは2種以上を組み合わせて使用することができる。尚、トナー中における前記帯電制御剤の含有量は、一般的には、0.1重量%〜10重量%であり、好ましくは、0.5〜8重量%である。0.1重量%未満であると、帯電制御効果が不十分になる場合があり、また10重量%を越えると、トナー抵抗が過度に低下し、画像形成プロセスに使用困難になる場合がある。

【0019】本発明のトナー中には、前記帯電制御剤とともに、金属石鹸、無機または有機金属等のクリニ

(5)

7
ンガン、鉛、または亜鉛のナフテン酸塩；カルシウム、コバルト、マンガン鉛、または亜鉛のレジン酸塩；等を挙げることができる。また、前記無機炭及び有機金属塩としては、例えばカチオン性成分として、四脚律表の第ⅠA族、第ⅡA族、および第ⅢA族の金属からなる群より選ばれる元素のカチオンを含み、アニオン性成分として、ハロゲン、カーボネート、アセテート、サルフェート、ボレート、ニトレート、およびホスファートからなる群より選ばれるアニオンを含む塩等が挙げられる。尚、前記酸化剤、および前記クリーニング剤は、一般例的には、トナー中に0.1重量%～10重量%含有させるのが好ましく、0.1～5重量%含有させるのがより好ましい。0.1重量%未満であると、所望する効果が不十分になる場合があり、一方、10重量%を越えると、トナー粉体流動性の低下等を引き起こし、画像形成プロセスに、使用困難になる場合がある。

【0020】本発明のトナーには、外添剤を外添してもよい。外添剤としては、シリカ、チタニア、酸化マグネシウム、酸化アルミニウム、酸化亜鉛、アルミナ等の無機微粉炭、およびアブソルション樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリエステル樹脂等の有機微粉炭が挙げられる。尚、外添剤が添加されたトナーを前記再分散試験する場合は、外添剤を除いた状態で、トナーをメタノールと水との前記混合溶媒に分散させればよい。

【0021】本発明のトナー（トナー）に外添剤が外添されている場合は、外添剤を除いた粒子）の形状は、転写性の観点から、形状係数（SFI）が100～150であるのが好ましく、100～120であるのがより好ましい。トナーの形状係数SFIは、画像解析装置（例えば、「LuzexIII」、ニレコ社製）を用いて、トナーの一の粒子100個について、下記式より算出して得られる値を、平均した値である。

$$SFI = \{ (トナー粒子の絶対最大径) / (トナー粒子の投影面積) \} \times \pi \times 1 / 4 \times 100$$

【0022】本発明のトナーは、液中乾燥法あるいは重合法等の湿式製法にて製造するのが好ましい。湿式製法は、混練粉法等の乾式製法と比較して、トナーの球形化などの形状制御が容易である点で好ましい。また、本発明のトナーを多色画像用のトナーにする場合は、含有される樹脂としては、低粘度で溶融化されるポリエステル樹脂を用いるのが好ましいが、液中乾燥法は、ポリエステル樹脂を含有するトナーを容易に製造できること、および様々なワックスをトナー中に含有させられるなどの点から、特に好ましい。前記液中乾燥法とは、樹脂および着色剤を溶媒に分散または溶解させた分散液を、水系媒体へ分散させた後、前記分散液を細かく分散し、さらに溶媒を除去することによって樹脂からなるトナー粒子を製造する方法である。一方、重合法は、樹脂のモノマーを水系媒体に分散させた分散液中で、前記モノマーを

(6)

9
好ましい。前記酸処理前に、トナー粒子の固形分重量に對して、3倍以上の水で洗浄するのが好ましい。水に可溶で、酸に不溶または難溶の成分としては、カルボン酸塩等が挙げられる。例えば、カルボン酸のナトリウム塩は、水に可溶であるが、酸処理によって不溶化し、カルシウムイオン等の存在によって、さらに不溶化しと考えられる。尚、水の洗浄は、多数回行ってもよい。また、水による洗浄は、酸処理の前に行ってもよく、酸処理の前で行ってもよい。また、これらの難溶化物を除去するために、水酸化ナトリウム等のアルカリ水溶液で洗浄し、難溶化物を可溶な状態に戻して除去するのも効果的である。

【0026】前記液中乾燥法や前記重合法の湿式製法では、トナー中に、有機溶媒やモノマーが残留することが*

装置	： 「GC-14A」（島津製作所）
検出器	： 「CBP20-M 50-0.25」（島津製作所）
カラム	： FID
注入量	： 1～5μl
キャリアガス	： He 2.5kg/cm ²
水素流量	： 0.6kg/cm ²
空気流量	： 0.5kg/cm ²
チャートレコード	： 5mm/min
感度	： Range 「10×Allen20」
カラム温度	： 40℃
インジェクション温度	： 150℃

【0027】本発明のトナーは、単独で、一成分系の静電現像用現像剤として、あるいは、キャリアと組み合わせ、二成分系の静電現像用現像剤として使用することができる。組み合わせるキャリアとしては、特に制限はなく、例えば、フェニルト等の脂性体を樹脂等で被覆したキャリアを使用することができる。

【0028】

【実施例】以下、実施例および比較例によって本発明をより詳細に説明するが、下記の実施例および比較例によって、本発明がなんら限定されるものではない。なお、実施例及び比較例において、「部」は「重量部」を意味する。

<実施例1>

(A) シアン顔料分散液Cの作製

以下の手順でシアン顔料分散液Cを調製した。
1. 銅フタロンアニン顔料：25部（C.1.ピグメントブルー15：3、シアニンブルー4933M（大日精化社製））
2. 酢酸エチル：75部
前記材料は、ガラスビーズを加えサンミル分散機に装着した。分散容器回りを冷卻しながら、高速撹拌モードで3時間分散し顔料分散液を調製した。

【0029】(B) 微粒子化ワックスの作製

以下の手順で微粒子化ワックスの分散液Wを調製した。
1. パラフィンワックス：10部（融点：85

10

*あるが、トナー中に多量の残留溶媒が残っていると、保存安定性やトナー特性が低下する場合がある。トナー中の残留溶媒量は、1～500ppmであるのが好まし、1～250ppmであるのがより好ましい。トナー中の残留溶媒量は、例えば、液中乾燥法では、トナー粒子が生成した後、溶媒を除去する際の残存条件や加熱条件を調整することによって低減することができる。尚、トナー中の残留溶媒量の測定方法は、トナー1重量部と、2-プロパノール2重量部とを混合し、超音波で30分間分散させた後、該分散液を希薄液に10倍以上稀释して、トナー中の残留溶媒を抽出する。その後、分散液の上澄み液をガスクロマトグラフィで分析し、定量し、これを残留溶媒量とする。測定条件を以下に示す。

装置	： 「GC-14A」（島津製作所）
検出器	： 「CBP20-M 50-0.25」（島津製作所）
カラム	： FID
注入量	： 1～5μl
キャリアガス	： He 2.5kg/cm ²
水素流量	： 0.6kg/cm ²
空気流量	： 0.5kg/cm ²
チャートレコード	： 5mm/min
感度	： Range 「10×Allen20」
カラム温度	： 40℃
インジェクション温度	： 150℃

℃、融解潜熱：193mJ/mg）

2. 酢酸エチル

前記材料を、撹拌羽根が装着され、容器回りに熱媒を循環させる機能を有する分散機に投入した。毎分83回転で撹拌しながら、徐々に温度を上げてゆき、最後に100℃に保ったまま3時間撹拌した。次に撹拌を緩けながら毎分約2℃の割合で室温まで冷卻し、微粒子化したワックスを析出させた。レーザ回折/散乱粒度分布測定装置「LA-700」（堀場製作所）を用いて測定したところ、ワックスの平均粒度は約1.2μmであった。このワックス分散液を高圧乳化機APV GAULIN HOMOGENIZER 15MR型を用い、圧力500kg/cm²で再度分散を行った。同様に、ワックス粒度を測定したところ0.8μmであった。作製した微粒子化ワックスの分散液は、ワックスの重量濃度が10重量%濃度になるように酢酸エチルで希釈した。【0030】(C) シアントナー油相の作製

以下の手順でシアントナー油相を調製した。
1. ポリエステル樹脂：50部（ビスフェノールAプロピレンオキサイド付加物/ビスフェノールAエチレンオキサイド付加物/テトラフルオールの共重合、Tg：67℃、軟化点：102℃、重量平均分子重：9000）
2. シアン顔料分散液C：20部（顔料濃度：25%）

(9)

15

し、1000枚コピーして、画像を形成した。初期画像、および1000枚コピー後の画像の画像濃度を、目視により以下の基準で官能評価した。

- ： 充分な画像濃度を有し、高画質であった。
- △： 若干画像濃度は低い、高画質であった。
- ×： 充分な画像濃度が得られず、画質が劣っていた。

【0046】(2) トナー帯電性評価

トナー10gとポリメタクリル酸メチルで表面を被覆したフェライトキャリア100gを、温度20℃で湿度50%の低湿度環境下で混合し、ブローオフ法にてトナーの帯電量を測定した。同様に温度28℃、湿度80%の高湿度環境下で混合し、ブローオフ法にてトナーの帯電量を測定した。

【0047】(3) 軽写性の評価

記録紙に転写した直後の、感光体上に残存するトナーを、テープで貼付け採取し、採取されたトナーの量を、目視により、以下の基準で評価した。

- ： トナーの残存がなかった。
- △： 微量のトナーの残存が認められたが、実用上問題なかった。
- ×： 多量のトナーの残存が認められた。

【0048】(4) 流動性の評価

トナー1gを149μmの金属ふるい上に採取し、振動を加えた後にメッシュに残るトナーを、目視により、以下の基準に従い評価した。

- ： トナーはほとんど残存しなかった。
- △： 少量のトナーの残存が認められた。
- ×： 多量のトナーの残存が認められた。

* 30

	流動性評価 けい固形分 (%)	流動性評価 けい固形分 (%)	流動性評価 けい固形分 (%)	流動性評価 けい固形分 (%)	流動性評価 けい固形分 (%)	流動性評価 けい固形分 (%)	流動性評価 けい固形分 (%)	流動性評価 けい固形分 (%)	流動性評価 けい固形分 (%)
実施例1	5	10	0.8	0.1	0.3	0.0	0.3	2.4	50
実施例2	10	5	0.6	0.1	0.4	0.0	2.1	5.8	100
実施例3	25	4	2.2	0.0	0.0	0.0	1.8	6.9	60
実施例4	15	4	0.5	0.1	1.7	0.1	0.9	5.9	120
実施例5	1	10	0.2	0.0	0.3	0.0	0.2	1.2	240
実施例6	30	10	0.7	0.1	0.1	0.0	1.9	5.1	360
実施例7	5	3	0.8	0.1	1.3	0.1	0.3	4.5	420
実施例8	—	—	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.4	10以下
実施例9	10	5	0.7	0.2	0.2	0.0	1.5	4.5	1100
比較例1	40	10	2.4	0.2	5.8	0.1	0.1	14.6	60
比較例2	10	2	2.7	0.3	1.8	0.1	1.3	10.1	90

【0053】
【表2】

(10)

17

	体積平均粒度 (μm)	粒度分布指標 GSD	形状係数 SFI
実施例1	7.5	1.21	117
実施例2	6.8	1.24	121
実施例3	7.9	1.32	126
実施例4	8.1	1.34	124
実施例5	7.6	1.23	118
実施例6	7.6	1.22	119
実施例7	7.8	1.26	120
実施例8	7.8	1.30	152
実施例9	7.0	1.28	128
比較例1	7.5	1.24	118
比較例2	6.9	1.23	121

18

【0054】
【表3】

	帯電性(μC/g)		帯電性 評価	流動性 評価	画質評価	
	高温高湿	低温低湿			初期	1000枚後
実施例1	21	23	○	○	○	○
実施例2	17	19	○	○	○	○
実施例3	16	17	○	○	○	△
実施例4	17	20	○	○	○	○
実施例5	22	25	○	○	○	△
実施例6	18	21	○	○	○	△
実施例7	20	21	△	△	○	△
比較例1	9	15	△	△	△	×
比較例2	11	14	○	△	△	×

【0055】

【発明の効果】本発明によれば、トナー表面の陽イオン量を抑制することによって、残留帯電性が小さく、優れた帯電性、転写性および流動性を有するトナーを提供することができ、また、高画質な画像、特に、カラー画像を長期にわたり安定して形成し得るトナーを提供することができる。

BEST AVAILABLE COPY